

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representation of
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Pur N-substd. 8,13-dioxodinaphtho-(2,1-b;2',3'-d)-furan-6-carboxamid - from 2,3-dichloro-1,4-naphthoquinon and 2-hydroxy-3-naphthamid s with inorg bas s
Patent Assignee: XEROX CORP

| Patent Family | | | | | | | |
|---------------|------|----------|--------------------|------|------|--------|------|
| Patent Number | Kind | Date | Application Number | Kind | Date | Week | Type |
| NL 7409231 | A | 19741125 | | | | 197450 | B |
| FR 2236867 | A | 19750314 | | | | 197517 | |
| JP 50039330 | A | 19750411 | | | | 197523 | |
| US 4062854 | A | 19771213 | | | | 197751 | |
| CA 1023360 | A | 19771227 | | | | 197803 | |

Priority Applications (Number Kind Date): US 73377667 A (19730709)

Abstract:

NL 7409231 A

A cpd. of formula (I) (where R is N or CH and 1-3 R gps. are N, X is H, CH₃, C₂H₅, NO₂, OCH₃, OC₂H₅, CN, SO₂NH₂, COOCH₃, COOC₂H₅, SO₂NHC₆H₅, Cl, F, Br and/or I, and n = 1-4) is prepd. by heating a mixt. of (1) 2,3-dichloro-1,4-naphthoquinone, (2) a cpd. of formula (II) (3) an alkali metal (bi)carbonate, or an alkali (ne earth) metal oxide or salt of an org. acid, and (4) a solvent which is an alcohol, 1-chloronaphthalene, a high-boiling ether, DMF or dimethylacetamide at between 50 degrees C and the b.pt. of the mixt. The use of org. bases as solvent and acid-binder is avoided. (I) are photo-conducting and are used in mono- and poly-chromatic image-forming processes.

Derwent World Patents Index

© 2003 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 1212714



優先権主張の出願

出願/97337月9日 米
出願/97337月9日 日
出願/97337月9日 日

特許第377667号
特許第377667号
特許第377667号

特許願(公)

特許法第33条ただし書の規定による特許出願

特許庁長官殿

昭和

49.6.12

1. 発明の名称 N-置換-8,13-ジオキサソジナフト-(2,1-b;2',3'-d)-フラン-6-カルボン酸アミドの製造法

特許請求の範囲に記載された発明の図 12

2. 発明者

住所 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 ノースハンプトン
フォード オールド プリンス テーブル

氏名 パーナード グルンゲン

3. 発明者

(住所) アメリカ合衆国 コネチカット州 スタムフォード
(普通なし)

氏名(名称) ゼロックス コーポレーション

代表者 ジョセフ アル タタマイスター

国籍 アメリカ合衆国

4. 代理人 (住所) 東京都千代田区千代田 1-1-1 丸の内ビルディング 10F 丸の内ビルディング

氏名(2977) 伊藤 堅太郎

(ほか 署名) 1才訂正

明 細 書

1. 発明の名称

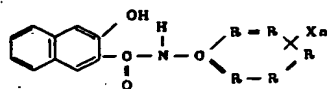
N-置換-8,13-ジオキサソジナフト-

(2,1-b;2',3'-d)-フラン-6-カルボン酸アミドの製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン

(2) 式



(この式で R はそれぞれ N と OH から成る群から選び、R の 1-3 個は N であり; X はそれぞれ H, OH, O₂H, NO₂, OOH, OO₂H, ON, SO₂NH₂, OO₂CH₃, OO₂C₂H₅, SO₂NHOC₂H₅, Cl, P, Br, I およびこれらの混合物から成る群から選び; そして n は 1-4 の正の整数である) で表わされる化合物、

(3) アルカリ金属の炭酸塩および炭酸水素塩、ア

⑨ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 50-39330

⑬公開日 昭50.(1975) 4. 11

⑭特願昭 49-67585

⑯出願日 昭49.(1974) 6. 12

審査請求 未請求 (全8頁)

庁内整理番号

6859 47

⑫日本分類

23 F0

⑬ Int. Cl²

C09B 69/00

C07C 39/12

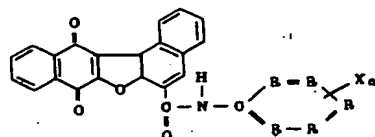
C07C 65/14

C07C 66/00

ルカリ土類金属の炭酸塩、有機酸のアルカリ塩およびアルカリ土類塩から成る群から選んだ無機塩基、および

(4) アルコール、1-ナフトールナフタリン、高沸点エーテル、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドおよびそれらの混合物から成る群から選んだ溶媒、

から成る反応混合物を 50°C から室温までの範囲内の温度で加熱することから成る式



(この式で R, X および n は上に定義したとおりである)

で表わされる化合物の製造法。

1. 塩基は Na₂CO₃, NaHCO₃, K₂CO₃, KHCO₃, O₂O および酢酸ナトリウムから成る群から選んだ 1 つである前記第 1 項に記載した方法。

2. 溶媒はイソプロパノールである前記第 1 項

に記載した方法。

4 母核はジメチルアセトアミドである前記第2項に記載した方法。

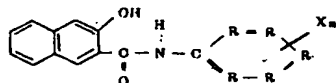
5 母核はジメチルホルムアミドである前記第2項に記載した方法。

6 母核はさらにイソプロパノールである前記第5項に記載した方法。

7 母核はさらにノークロルナフタリンである前記第5項に記載した方法。

8 (a) (i) 2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン、

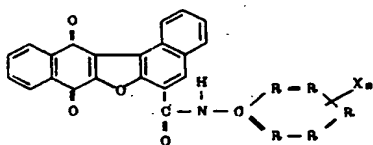
(ii) 式



(この式でRはそれぞれNとOから成る群から選
び、Rの1〜3個はNであり；XはそれぞれH、
OH、O₂H₂、NO₂、OOH₂、OO₂H₂、ON、SO₂NH₂、OO₂OH₂、
OO₂O₂H₂、SO₂NHO₂H₂、OS、P、Br、Iおよびそれらの
混合物から成る群から選び；そしてnは1〜4の

そして

(d) (c)工程で得られた混合物を加熱することから
成る式



(この式でR、Xおよびnは前記したとおりであ
る)

で表わされる化合物の製造法。

9 工程(a)における母核は3〜6個の炭素原子
を持つアルコールである前記第8項に記載した方
法。

10 工程(a)における母核はイソプロパノールで
ある前記第8項に記載した方法。

11 工程(a)における塩基は酢酸ナトリウムであ
る前記第8項に記載した方法。

12 工程(a)における塩基はNaOHである前記第
8項に記載した方法。

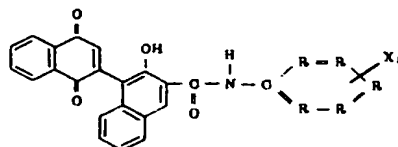
特開 昭50-39330 (2)

正の整数である)

で表わされる化合物。

(iii) 弱有機塩のアルカリ金属塩、炭酸ナトリウム
および炭酸水素ナトリウムから成る群から選んだ
無機塩基、および

(iv) 各種アルコールから成る群から選んだ母核
から成る反応混合物を50.0から幾何温度までの
温度で加熱して式



(この式でR、Xおよびnは前記したとおりであ
る)

で表わされる中間体を生成し；

(b) この中間体を反応混合物から分離しそして
それから(a)段階の反応中に得られたすべての副生成
物を除き；

(c) この中間体を無機塩基とその母核とに混合し；

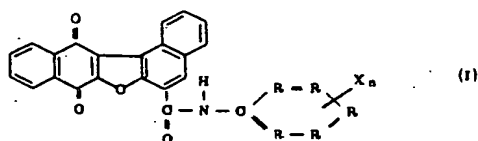
2 発明の詳細な説明

本発明は一般にN-電機-8,13-ジオキソジ
ナフトー(2,1-b;2',3'-d)-フラン-6-カ
ルボン酸アミドの新しい製造に關する。さらに詳
しくは、本発明はこの形の高純度組成物の高度に
経済的な製造法に關する。

本発明によつて作つた化合物は広範な有用性を
持つている。これらの化合物は光導電性でありな
して広範な種類の単色および多色像形成方法に使
うことができる。さらに、これらの化合物はその
揮発性、強い、黄色が現れるなどのような環境
においても原料として使うことができる。本発明
によつて作つた組成物の多くの用途はレスター・
ワインバーガー-Lester Weinbergerによる米国特
許第3,447,922号明細書に記載されている。これ
らの組成物を使うことのできる方法の例にはエル
ズブルー、ゴフL.W.Goffによる米国特許第
3,520,481号明細書；1969年6月30日出願U.S.
Ser. No. 837,780；1971年11月19日出願U.S.
Ser. No. 199,683に記載されている移動形像形成

法があり；ダブルニュー・シー・バンドーン W.O. VanDorn 氏による 1969 年 2 月 26 日出願の U.S. Ser. 4,708,380；およびキリアカキス Kyriakakis 氏による米国特許第 3,556,783 号明細書に記載されているマニホールド像形成法がある。これらの用途は単なる例で限定するものと考えるべきではない。

と記の米國特許第 3,447,922 号明細書には一般式



(この式でRはそれぞれNと“OH”から成る群から選び、Rの1〜3個はNであり；XはそれぞれH, CH₃, O₂H₃, NO₂, OCH₃, OC₂H₅, ON, SO₂NH₂, CO₂CH₃, CO₂O₂H₃, SO₂NHO₂H₃, OH, F, Br, Iおよびこれらの混合物から成る群から選び；そしてnは1〜4の正の整数である)

で殺される、N-覚醒-5;13-ジオキソジナ

ン是非常に高価な物質である。量の少ないこの原料をより多く含む時にはビリジンの代りにトリエチルアミンのような脂肪族有機塩基と苛性碱を使う必要がある。しかしながら、この有機塩基もまた高価である。脂肪族塩基にはビリジンの不利益性の中のある種のものはないが、ビリジンを使つて製造する場合のようにさらに精製を必要とする生成物ができるのである。

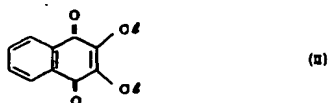
従つて、式(II)の化合物を製造する改良した方法を提供することが本発明の目的である。

さらに、純度を増した式(II)の化合物の製造法を
提供することが本発明の目的である。

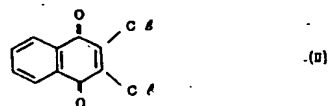
なおさらに、より経済的な式(1)の化合物の製造法を提供することが本発明の目的である。

これらおよびその他の目的は本発明の方法によつて達成される。この方法は

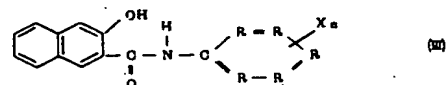
(b) 式



フトー(2, 1-b; 2', 3'-d)-フラン-6-カル
ボニルアミド様式



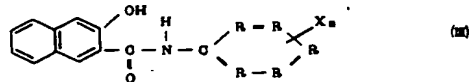
で表わされる γ 、 β -ジクロロール、 α -ナフト
キノジを溶解するビリジン中で一般式



(この式でR、XおよびR'は前に定義した)
で表わされるユービドロキシマーナフトエ酸の
N-置換アミドと反応させて作ることができるこ
とを記載している。

この反応によつて作つた化合物は著るしくその感光性を減退するので除去しなければならない相当量の不純物を含んでいる。例えば、これらの化合物を第ビリジン中で粗生成物を分揮してから精製化合物を再結晶しなければならない。その上この反応にかゝいて導線と受容体として使うビリジ

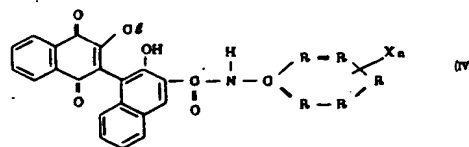
で表わされる化合物を一般式



(この式で R 、 X および μ は式(1)で定義したとおりである)

て表わされる化合物と無機電受容体と兩媒の存在
下で反応させることから成る。

本発明の好ましい実施態様においては、無機酸受容体と導線は次の一般式



(この式で B 、 X および σ は上に定義したとおりである)

て扱われる中間体が工程(a)で作られるようなものを選ぶ。中間体を工程(a)における反応の副産物のほとんどすべてを含む反応混合物から分離して

からこの中間体を無機酸受容体と溶媒の存在下で加熱して式(1)の生成物を得る。

広範な種類の溶媒と無機塩基を本発明によつて使うことができる。塩基と溶媒の選択において最も重要で制限されるパラメーターは得られる生成物の純度である。この塩基と溶媒は反応の進行が早過ぎて不純物の吸着が起ることのないように選ばなければならない。すなわち、塩基は反応によつて生成する塩酸を中和するのに役立つことができるほど充分に溶媒に可溶性でなければならないが、不純物を沈殿生成物中に吸着する早さで反応を進めるほど可溶性であつてはならない。

本発明によつて式(1)の化合物を作るのに適当な無機塩基には炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウムのようなアルカリ金属の炭酸塩および炭酸水素塩；酸化カルシウムのようなアルカリ土類金属の酸化物；および酢酸ナトリウムおよび酢酸カルシウムのような有機酸のアルカリ金属塩およびアルカリ土類金属塩がある。

好ましい溶媒系体はノークロルナフタリンとジメチルホルムアミドを一様に使うことである。ジメチルホルムアミドに対するノークロルナフタリンの正しい比は任意であるが、この比が約1:2から2:1の範囲内にある時に良好な収量を得られる。この溶媒系を使うと約50~100ミクロンおよびそれより大きい直径を持つ高純度のよく発達した結晶の生成物(1)を得ることができる。ジメチルアセトアミドもまた大きな結晶を得るために効果的な溶媒である。この場合には、ジメチルアセトアミドを最初に反応混合物に加えてから、イソプロパノールまたはその他の沈殿化溶媒をゆつくりとそれに加えることができる。

反応温度は使つた溶媒系と塩基によつて変化する。一般に、反応温度は50°Cから大気圧下の環境温度の範囲を使うことができる。生成物(1)を作る好ましい反応温度範囲を次の第1表に数種の代表的な塩基/溶媒系について示す。

特開 昭50-39,330 (4)

本発明により適当だと判つた溶媒には：エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノールなどのようなアルコール類；ジメチルアセトアミド；ビス(γ-メトキシエチル)エーテル；ノークロルナフタリン；およびジメチルホルムアミドがある。そのほか、これら溶媒の組合せも使うことができる。例えば、ジメチルホルムアミドをアルコールまたはノークロルナフタリンと一緒に使うと反応速度を増すであろう。この反応速度について、ある場合には生成物(1)を経済的に有利な早さで作るために反応速度を早めることが望ましい；別なときには、より純粋な製品を得るためには反応速度を遅くすることが望ましいのである。例えば、生成物(1)を炭酸水素塩とアルコール溶媒を使つて直接得るためには、アルコールの容量に対して少くとも5容量%のジメチルホルムアミドを加えることが必要である。そして、合理的な時間内で反応を完結するためには30~100容量%のジメチルホルムアミドを使うのである。

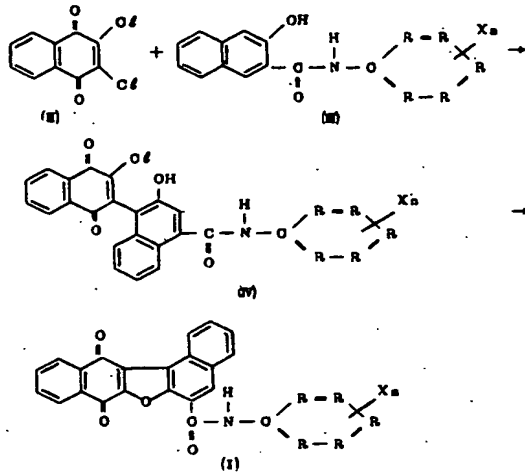
第 1 表

| 塩 基 | 溶 媒 | 好ましい温度°C |
|--------------------------|-------------------------|----------|
| K_2CO_3 または Na_2CO_3 | イソプロパノール/ ジメチルホルムアミド | 55 ~ 100 |
| K_2CO_3 または Na_2CO_3 | ジメチルホルムアミド | 55 ~ 120 |
| K_2CO_3 または Na_2CO_3 | ジメチルアセトアミド | 65 ~ 140 |
| K_2CO_3 または Na_2CO_3 | イソプロパノール | 65 ~ 84 |
| K_2CO_3 または Na_2CO_3 | クロルナフタリン/ ジメチルホルムアミド | 80 ~ 150 |
| $KHCO_3$ または $NaHCO_3$ | イソプロパノール/ ジメチルホルムアミド | 75 ~ 100 |

溶媒系がクロルナフタリンとジメチルホルムアミドから成る時には、生成物(1)のより大きい結晶を提供するために高温度で反応を行うことが望ましい。

前述の手順に従つて反応期間(1)と(2)から直接に生成物(1)作り、その際普通のその後続く精製工程を省略することができるが、本発明による好ましい方法は反応中に生成する中間体を単離し精製

し、続いて導管の存在下で無機塩基と反応させて生成物(II)を作ることを包含する。この実施例によれば、反応は次の経路を経るものと推じられる。



(これらの式でR、Xおよびaは前に定義したとおりである)

本発明によつて反応剤(II)は反応の進行中完全に

リーブ色、または黄色、最後に黄一橙色へと変色する。オリーブ色は実質的に生成物(II)に転化してない中間体の存在を示す。中間体例の単離を伴う好ましい実施例に従うことができる溶媒は、特に2〜4個の炭素原子を持つアルコールを包含し、最も好ましいのはイソプロパノールである。

反応剤(II)および(III)の量は効果のある割合のいずれでも存在させることができるが、正しい割合は主として経済性によつて定まる。好ましくは、反応剤(II)対反応剤(III)の比は約2:1〜10:1の範囲内であり、最も好ましい比はジクロロナフタレンをやや過剰にすることである。溶媒は好ましくは反応剤のモル当り約2モルの量とするが、その正しい量は特定の溶媒/塩基系によつて定めるが、主として経済性によつて定める。同様に、必要な無機塩基の量は電解ではないが、特定の処理計画とその経済性によつて広い範囲に亘つて変えることができる。好ましくは、無機塩基は生成物(II)を直接生成する例では少なくとも約2当量が得られる量で存在させ、そして中間体例を単離する場合の

特開 昭50-39330 (5)

転化されることを発見した。さらに反応剤(II)の転化から中間体例と副産物を生成することが判つた。中間体例を単離しそして実質的にすべての副産物とその他の不純物を除くことによつて中間体例の高純度生成物(II)への高度の転化を得ることができる。

中間を単離可能な形で得るために単離を容易にする塩基/溶媒系を選ぶことが必要である。この好ましい実施例によつて使することができる無機塩基の中には弱い有機物のアルカリ金属塩、炭酸ナトリウムおよび炭酸水素ナトリウムがある。弱い有機物のアルカリ金属塩の中で好ましいものは酢酸ナトリウムと酢酸ナトリウム三水合物である。

中間体例の生成物(II)への重要な転化前に反応が妨害されない限り炭酸ナトリウムは反応を完了するまで押し進める傾向がある。反応の進行は発生する色の変化を観察することによつて追求することができ、このようにして中間体例を除去する適当な時間に反応を中絶することができる。例えば、反応混合物は一連の色の変化、普通は緑からオ

好ましい例では約1当量存在させる。

中間体から実質的にすべての不純物を単離しそして除去するために、反応混合物を急速に蒸発するようにしそして緑からオリーブの着色が観察されるまで保持する。この時点で反応混合物を熱い間にも通して中間体を赤い固体沈殿として取得する。この沈殿を、不純物は除去するが沈殿は実質的には溶かさない適当な液体で十分に洗う。適当な液体の例には：イソプロパノール、メタノールおよびエタノールのようなアルコール類；アセトン、メチルエチルケトンおよびメチルイソブチルケトンのようなケトン類；熱クロロベンゼンのような芳香族溶媒；または熱オルソジクロロベンゼン；またはジオキサンまたはテトラヒドロフランのようなエーテル類がある。アセトンとイソプロパノールのような低級アルコールが好ましい。次いで中間体を、生成物(II)の直接製造について上述したようないずれか適当な溶媒/塩基系と混合し、そして十分な時間反応温度に加熱し中間体例の生成物(II)への実質的に定量的な転化を得る。

以下の例は単に本発明を例示するだけの目的で示すのであつて、いかなる意味においてもこれに限定されるべきではない。指示しない限り、すべての部および%は重量で示す。

例 1

次の物質を、機械的かくはん器、温度計および効果的な凝縮器を備えた3ℓフラスコに加える：

2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン0.1モル、

N-3'-ビリジル-3-ヒドロキシル-3-ナフタリン0.1モル、

炭酸ナトリウムの無水粉末0.3モル、およびイソプロパノール2ℓ。

得られたスラリーを攪流にかけそしてスラリーが黄-橙色になるまで保持する。これに約1.5時間かかる。次いで熱い間にも過により反応混合物から固形物を除く。次いでこの固形物を連続して：

(a) ジメチルホルムアミド300ℓで、(b) 洗液が黄色でなくなるまでイソプロパノールで、(c) 塩化物イオンがなくなるまで脱イオン水で、そして

に2時間100℃に保持した後、この反応混合物を1時間に亘つてゆつくりと60℃まで冷す間にイソプロパノール100ℓを加える。固体を冷却反応混合物からろ過分離する。次いでこの固体を凍結して：(a) ジメチルホルムアミドの200ℓの部分で、(b) 洗液が黄色でなくなるまでイソプロパノールで、(c) 塩化物イオンがなくなるまで脱イオン水で、(d) ジメチルホルムアミド200ℓで、そして(e) イソプロパノールで洗う。次いで得られた固体を乾燥すると例1で得られた生成物と同じ構造を持つ黄-橙色の顔料が約76%の収率で得られる。

例 2

次の物質を、機械的かくはん器、温度計および効果的な凝縮器を備えた3ℓフラスコに加える：

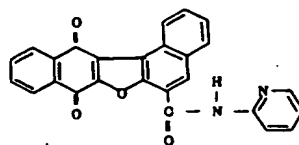
2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン0.05モル、

N-3'-ビリジル-3-ヒドロキシル-3-ナフタリン0.05モル、

炭酸ナトリウム0.3モル、および

特開 昭50-39330 (向)

で(d) イソプロパノールで洗う。この洗った固体顔料を乾燥すると次式の、2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノンと名とする黄-橙色顔料が約81%の収率で得られる：



例 3

次の物質を、機械的かくはん器、温度計および効果的な凝縮器を備えた3ℓフラスコに加える：

2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン0.05モル、

N-3'-ビリジル-3-ヒドロキシル-3-ナフタリン0.05モル、

無水炭酸ナトリウム0.40モル、および1-クロルナフタリン200ℓ。

この反応混合物を100℃に加熱しそしてジメチルホルムアミド400ℓを1時間に亘つてゆつくりとこの反応混合物に加える。反応混合物をさら

ジメチルアセトアミド400ℓ。

得られた混合物を100℃に加熱し1時間保持した後イソプロパノール200ℓをゆつくりと1時間かけてこの混合物に加える。次いで反応温度を50℃に下げて、固体を反応混合物からろ過分離する。次いでこの固体を凍結で凍けて次の各部分すなわち：(a) ジメチルホルムアミド100ℓで、(b) 洗液が黄色でなくなるまでイソプロパノールで、(c) 塩化物イオンがなくなるまで脱イオン水で、そして(d) イソプロパノールで洗う。次いで得られた固体を乾燥すると例1の生成物と同じ構造を持つ黄-橙色顔料15%が得られその総収率は75%である。

例 4

次の物質を、機械的かくはん器、温度計および効果的な凝縮器を備えた3ℓフラスコに加える：

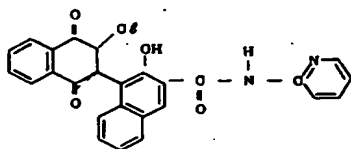
2,3-ジクロロ-1,4-ナフトキノン127g (0.36モル)、

N-3'-ビリジル-3-ヒドロキシル-3-ナフタリン132g (0.30モル)、

39330

酢酸ナトリウム三水和物 8.0 g、および
イソプロパノール 2 g。

この反応混合物を 3 時間還流下で加熱して液から
オリブの無色物を得。熱い間にろ過して固体を
除く。次いでこの固体を洗って次の各部分すなわち
(a) イソプロパノール 2 g、(b) 脱イオン水
2 g、および (c) イソプロパノールで洗う。次い
で洗った固体を乾燥すると融点が 339~350
°C の赤色固体 1.80 g を得る。2,3-ジクロル
-1,4-ナフトキノンに対する総収率は 79.5%
であることが判る。この固体は次の構造式で示さ
れる中間体である。



例 5

例 4 で作つた中間体から所望の顔料生成物を得
るために次の物質を反応容器に加える：

それから 60°C に冷却して固体をろ過回収する。
この固体をイソプロパノールで洗い乾燥すると融
点が 337~338°C の黄褐色の固体 36.8 g を
得る。例 1 の黄褐色顔料の収率は中間体の重量に
対して 88% であることが判る。

例 7

次の物質を、機械的かくはん器、温度計および
効果的な攪拌器を備えた 3 l フラスコに加える：

イソプロパノール 1.8 g、

2,3-ジクロル-1,4-ナフトキノン 45.4
g (0.03 モル)、

N-2'-ピリジル-2-ヒドロキシリル-3-
ナフトアミド 32.8 g (0.03 モル)、および

炭酸ナトリウム 23.3 g。

この反応混合物を急速に還流温度にし 1.5 時間保
持してから熱いうちにろ過して赤い固体の中間体
を分離する。この中間体は例 4 で得られた中間体
と同じ構造式である。次いでこの中間体を 200
°C 程度のイソプロパノールで洗う。こうして洗
った中間体を元の反応フラスコに 2 g のイソプロ

特開 昭 50-39 330 (7)

中間体 9.1 g (0.03 モル)、

炭酸カリウム 3.05 g (0.033 モル)、および
ジメチルホルムアミド 300 ml。

得られた反応混合物は室温ではほとんど黒色であ
る。この反応混合物を 15 分間加熱する。加熱中
に反応混合物の色が次第にオリブ色から黄色に、
そして最後に黄褐色に変る。次いで反応混合物
をゆつくり冷却してから室温でろ過して固体を分
離する。ろ過した固体をイソプロパノールで洗つ
て乾燥すると、融点が 332~333°C の黄褐色
の固体結晶 8.38 g を得る。この回収固体の収率は
中間体の重量に対して 99% である。この生成物
は例 1 の生成物と同じ構造である。

例 8

例 4 で作つた中間体から所望の黄褐色顔料を
作るために、95°C に保たれた炭酸ナトリウム 0.30
モルとジメチルホルムアミド 2.5 g を含む反応容
器に中間体 0.1 モルを 1 時間かけて加えることに
よつて反応混合物を作る。中間体添加後得られ
たスラリーを 3 時間 95°C に保つて反応を完全にし、

パノールと一確に炭して反応スラリーを作る。こ
の反応スラリーを還流温度にしてジメチルホルム
アミド 300 ml を 5 分間で加える。1 時間還流し
た後、イソプロパノールを蒸留して塗り、最終の
乾燥混合物が約イソプロパノール 500 ml とジメ
チルホルムアミド 300 ml を含むようにする。次
いで反応混合物を 60°C に冷し、この温度でろ過
する。得られた沈殿を乾燥して次の部分すなわち：
(a) イソプロパノールで、(b) 脱イオン水、お
よび (c) イソプロパノールで洗う。次いで沈殿を
乾燥すると融点 328~333°C の黄褐色の顔
料 68.0 g を得る。この総収率は 2,3-ジクロル
-1,4-ナフトキノンの重量に対して 81.2% だ
である。顔料は例 1 の生成物と同じ構造式を持つて
いる。

本発明の他の変法は上述の配量から当業者にと
つて可能である。変法のすべては前の権利の主張
にだけ限定される本発明の範囲内に包含されるも
のである。

特開 昭50-39330 (公)

| | | |
|------------|---------------|-------|
| 5. 添付書類の目録 | (1) 明 細 書 | 1 面 |
| | (2) 図面 | 5 面 |
| | (3) 立任伏及原文 | 各 1 面 |
| | (4) 優先権証明書及原文 | 各 1 面 |
| | (5) | 通 |
| | (6) | 通 |

6. 前記以外の発明者、特許出願人および代理人

(1) 発 明 者

住 所

氏 名 金 し

(2) 特許出願人

住 所 (居所)

氏 名 (名称) 金 し

代 理 者

国 籍

(3) 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号 電話 (03) 511-8741

氏 名 (6000) 弁理士 熊 倉 巖

同 (6254) 弁理士 山 本 茂

同 (5995) 弁理士 中 村 稔